

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-063822
(43)Date of publication of application : 07.03.1997

(51)Int.CI. H01F 1/08
C08L 29/14

(21)Application number : 07-220270 (71)Applicant : SUMITOMO METAL MINING CO LTD
(22)Date of filing : 29.08.1995 (72)Inventor : OSHIMURA NOBUMITSU
ISHIZAKA KAZUTOSHI

(54) COMPOSITION FOR RESIN MAGNET AND ITS MANUFACTURE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve oxidation resistance, facilitate the handling at the time of production, and obtain composition for a rare earth-transition metal based resin magnet whose mechanical strength is high when a resin magnet is formed.

SOLUTION: In this composition, a coating film of polyvinyl acetal resin which is solid at 25° C is formed on the surface of rare earth-transition metal based magnet alloy powder, and the amount of the polyvinyl acetal resin is 0.05-19wt.% to the magnet alloy powder. By using grinding solvent wherein polyvinyl acetal resin which is solid at 25° C is added to solvent, the rare earth-transition metal based magnet alloy powder is subjected to wet system pulverizing. The solvent in the winding solvent is dried and eliminated, and a resin coating film is formed on the surface of the pulverized magnet alloy powder. Thereby this composition for a resin magnet is manufactured.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
examiner's decision of rejection or application converted
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of
rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of
rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The constituent for resin magnets characterized by the polyvinyl-acetal resin which is a solid-like forming the coat in the front face of rare earth-transition-metals system magnet alloy powder at 25 degrees C.

[Claim 2] The constituent for resin magnets according to claim 1 whose amount of polyvinyl-acetal resin is 0.05 – 19wt% to magnet alloy powder.

[Claim 3] The manufacture approach of the constituent for resin magnets according to claim 1 or 2 characterized by carrying out wet pulverizing of the rare earth-transition-metals system magnet alloy powder using the grinding solvent which added to the solvent the polyvinyl-acetal resin which is a solid-like at 25 degrees C, then carrying out desiccation removal of the solvent in this grinding solvent, and making the coat of this resin form in the front face of the this pulverized magnet alloy powder.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] Oxidation resistance of this invention is high, and the handling at the time of production is easy for it, and it relates to the constituent which gives the rare earth-transition-metals system resin magnet in which the flexural strength-proof of a resin magnet was moreover excellent, and its manufacture approach.

[0002]

[Description of the Prior Art] The rare earth system permanent magnet is applied from the outstanding magnetic properties in the broad field which results in common home electronics, a communication link and an audio equipment, medical equipment, and a general industrial device. A resin magnet has in it the advantage of ** with good (3) machinability with high (2) yields which can blend a resin binder with magnet powder, and can fabricate with compression molding, injection molding, etc., and (1) dimensional accuracy can fabricate in a complicated high configuration compared with a sintering type.

[0003] Generally a pulverizing process is required for manufacture of a resin magnet. However, since rare earth elements are contained, oxidation resistance is very low, and since magnet powder burns out at the time of manufacture, handling is difficult. Then, in order to need a facility expensive in order to prevent oxidation of magnet powder or to intercept the front face and atmospheric air of magnet powder after pulverizing, making coats, such as a coupling agent and a low-melt point point metal, generate is performed (JP,6-20814,A).

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, making a front face generate a coat has the problem that a film forming agent is expensive and a manufacturing cost is applied, when a production process increases. Moreover, when a resin magnet was manufactured using pulverizing powder, since the mechanical strength of a Plastic solid was low, or it adds an additive to a resin binder and raised the reinforcement of resin, it needed to carry out raising the mechanical strength of a resin magnet etc. by reforming a magnet powder front face and raising compatibility with resin, and adhesion.

[0005] Then, while this invention improves the oxidation resistance after pulverizing and making the handling at the time of production easy, when a resin magnet is formed, a mechanical strength aims at offering the high constituent for rare earth-transition-metals system resin magnets, and its manufacture approach.

[0006]

[Means for Solving the Problem] The constituent for resin magnets of this invention for attaining the above-mentioned technical problem is characterized by the polyvinyl-acetal resin which is a solid-like forming the coat in the front face of rare earth-transition-metals system magnet alloy powder at 25 degrees C. Moreover, the amount of polyvinyl-acetal resin is further characterized by being 0.05 – 19wt% to magnet alloy powder on the above-mentioned conditions.

[0007] Moreover, the manufacture approach of the constituent for these resin magnets has the description in carrying out wet pulverizing of the rare earth-transition-metals system magnet alloy powder using the grinding solvent which added to the solvent the polyvinyl-acetal resin which is a solid-like at 25 degrees C, then carrying out desiccation removal of the solvent in this grinding solvent, and making the coat of this resin form in the front face of the this pulverized magnet alloy powder.

[0008]

[Embodiment of the Invention] The magnet powder used by this invention can be especially used without a limit. Therefore, the magnet powder usually used for the resin magnet can be used, for example, magnet powder, such as rare earth-transition-metals-nitrogen systems, such as rare earth-transition-metals-boron systems, such as a rare-earth-cobalt system of SmCo5 and Sm2Co17 grade, Nd-Fe-B, Nd-Fe-Co-B, and Nd-Dy-Fe-B, Sm-Fe-N, and Sm-Fe-Mo-N, is mentioned. Polyvinyl butyral resin, polyvinyl formal resin, polyvinyl-acetal resin, etc. are mentioned, and the polyvinyl-acetal resin added in a grinding solvent will not be restricted especially if it is a solid thing at 25 degrees C. Although a degree of polymerization is not restricted by the limitation, it is usually good in 200-5000, the thing of polyvinyl butyral resin of degrees of polymerization 300-2000 is specifically desirable, and the thing of polyvinyl formal resin of degrees of polymerization 300-1000 is desirable. When this resin is liquefied, since the coat formed in the front face of magnet powder is not firm, the thickness of a coat will become an ununiformity and oxygen will invade into magnet powder easily.

[0009] Although polyvinyl butyral resin, polyvinyl formal resin, and polyvinyl-acetal resin may be used independently, they may mix two or more kinds.

[0010] Polyvinyl-acetal resin is obtained by the well-known approach. That is, polyvinyl formal resin is obtained by acetalizing the polyvinyl alcohol generally saponified and obtained in polyvinyl acetate by the acetaldehyde. Moreover, polyvinyl butyral resin is obtained by acetalizing the polyvinyl alcohol obtained similarly by the butyraldehyde.

[0011] the addition of polyvinyl-acetal resin — usually — magnet powder — receiving — 0.05 – 10wt% — it may be 1.0 – 5wt% preferably. When there is less polyvinyl-acetal resin than 0.05wt(s)% , the oxidation resistance of the magnet powder made into the purpose and the mechanical strength of a resin magnet are not attained. Moreover, when polyvinyl-acetal resin exceeds 10wt(s)% , the mechanical strength of a resin magnet is not attained.

[0012] The pulverizer used by this invention will not be limited especially if it carries out with wet. It is because it is characterized by the polyvinyl-acetal resin which remained by pulverizing magnet powder in the grinding solvent with which this invention added polyvinyl-acetal resin, and drying an alcoholic solvent forming a coat in the front face of magnet powder. Therefore, a ball mill, a disc mill, attritor, a planet ball mill, etc. are mentioned as a pulverizer currently generally used. Moreover, the solvent used for grinding will not be restricted especially if melting of the polyvinyl-acetal resin can be carried out. For example, ethanol, a methyl ethyl ketone, an acetone, etc. are mentioned.

[0013] There is no limit especially in the method of casting the resin magnet obtained considering the constituent of this invention as a raw material, and compression forming, an injection molding method, etc. which are generally used can be used. The resin binder suitable for each casting method is selected in fact, and a resin magnet is produced by fabricating the compound which may have had the constituent mixed with this binder. compression forming — a glycidyl ether mold epoxy resin, a glycidyl ester mold epoxy resin, a glycidyl amine mold epoxy resin, and a line — a constituent is mixed with an aliphatic series epoxy side mold epoxy resin, an aliphatic series epoxy side mold epoxy resin, etc. by wet or dry type, and a resin magnet is obtained by carrying out press forming of this mixture.

Moreover, by the injection-molding method, the polyamide resin (for example, end group processing article in 6 nylon, 6, and 6 nylon, 11 nylon, 12 nylon, 6, 12 nylon, aromatic series system nylon, etc. these single polymers, a copolymer with an other type monomer, and other matter etc.) and the constituent which are generally used are kneaded, and a resin magnet is obtained by fabricating this kneading object with an injection molding machine.

[0014] Thus, the mechanical strength of the obtained resin magnet is very excellent. Since the compatibility of magnet powder, polyvinyl-acetal resin, and a resin binder and polyvinyl-acetal resin is good, it is because each adhesion improves and a mechanical strength becomes high as a whole.

[0015]

[Example] Hereafter, an example is given and this invention is explained concretely.

Example 1 ... Dissolution casting of the Fe=75wt% SmFe alloy was carried out Sm=25wt% using the RF fusion furnace. The alpha-Fe phase used as the cause of carrying out solution treatment of this ingot in 1100 degree-Cx 12-hour Ar, and reducing magnetic properties was removed. Next, coarse grinding was carried out using the jaw crusher and the pin mill, and the vibrating screen performed the classification to 106 micrometers or less. Nitriding treatment of this coarse-grinding powder was carried out in the 465 degree-Cx 6-hour NH₃+H₂ mixed-gas ambient atmosphere, and Sm₂Fe₁₇N₃ alloy powder was obtained. Then, it pulverized until it threw into attritor the grinding solvent which added the 90g polyvinyl butyral resin (#2000L) by DENKI KAGAKU KOGYO K.K. to a 3kg alloy powder and 15L. ethanol and mean particle diameter was set to about 4 micrometers, and only the solvent was dried with the oscillating fluidized-drying machine. the bisphenol A mold epoxy resin of the room-temperature-setting mold which is a resin binder at this pulverizing powder — powder — receiving — 2wt(s)% — it added, the obtained constituent was supplied into press metal mold, press forming was carried out by shaping planar pressure 7 ton/cm², and the Plastic solid was acquired. The oxidation resistance of pulverizing powder and the mechanical strength of a Plastic solid are the followings, and were made and evaluated. Grinding conditions are shown in Table 1.

[0016]

[Table 1]

	添加樹脂		溶剤の種類	使用合金
	種類	添加量		
実施例 1	ポリビニルブチラール	3.0wt%	エタノール	Sm ₂ Fe ₁₇ N ₃
実施例 2	ポリビニルブチラール	0.1wt%	エタノール	Sm ₂ Fe ₁₇ N ₃
実施例 3	ポリビニルブチラール	8.0wt%	エタノール	Sm ₂ Fe ₁₇ N ₃
実施例 4	ポリビニルホルマール	3.0wt%	メチルエチルケトン	Sm ₂ Fe ₁₇ N ₃
実施例 5	ポリビニルブチラール ポリビニルホルマール	2.0wt% 2.0wt%	エタノール	Sm ₂ Fe ₁₇ N ₃
実施例 6	ポリビニルブチラール	3.0wt%	エタノール	SmCo ₅
実施例 7	ポリビニルブチラール	3.0wt%	エタノール	Nd _{1.3} Dy ₂ Fe _{7.7} Be
比較例 1	ポリビニルブチラール	0.02wt%	エタノール	Sm ₂ Fe ₁₇ N ₃
比較例 2	ポリビニルブチラール	15.0wt%	エタノール	Sm ₂ Fe ₁₇ N ₃

[0017] Evaluation of pulverizing powder left the powder with which pulverizing and desiccation ended in 25-degree C atmospheric-air ambient atmosphere-ization, and asked for change of the amount of oxygen in the time amount of arbitration by the chemical analysis by scorification. The mechanical strength of a resin magnet is ASTM after leaving the acquired Plastic solid at the room temperature for 6 hours and stiffening a resin binder. Flexural strength estimated according to D-790. A result is shown in Table 2.

[0018]

[Table 2]

	耐酸化性試験(O ₂ wt%)					曲げ強度 (kgf/mm ²)
	放置前	1時間	6時間	12時間	24時間	
実施例 1	0.24	0.25	0.27	0.29	0.34	8.2
実施例 2	0.27	0.28	0.30	0.33	0.40	7.5
実施例 3	0.22	0.22	0.24	0.26	0.30	8.8
実施例 4	0.25	0.26	0.28	0.31	0.37	7.9
実施例 5	0.25	0.26	0.28	0.30	0.35	8.5
実施例 6	0.23	0.23	0.25	0.27	0.30	8.9
実施例 7	0.23	0.24	0.27	0.31	0.36	8.3
比較例 1	0.30	燃えた	---	---	---	5.2
比較例 2	0.21	0.21	0.23	0.24	0.27	6.6

[0019] Examples 2–5 ... It carried out like the example 1 except having made it what shows grinding conditions in Table 1. A result is shown in Table 2.

[0020] Example 6 ... It carried out by the same approach as an example 1 except having set the presentation of the used alloy powder to SmCo5. A result is shown in Table 2.

[0021] Example 7 ... It carried out by the same approach as an example 1 except having set the presentation of the used alloy powder to Nd13Dy2Fe 77B8. A result is shown in Table 2.

[0022] Examples 1–2 of a comparison ... It carried out by the same approach as an example 1 except having made the presentation of a grinding solvent into what is shown in Table 1. A result is shown in Table 2.

[0023] in addition, the resin blended into the solvent used in an example and the example of a comparison — #by DENKI KAGAKU KOGYO K.K. 2000L (polyvinyl butyral resin), and company make — it is #200 (polyvinyl formal resin).

[0024]

[Effect of the Invention] Like the above explanation, the constituent for resin magnets of this invention can be excellent in oxidation resistance, and handling can raise the mechanical strength of a resin magnet an easy top. Moreover, the manufacture approach of the constituent for resin magnets proposed by this invention does not increase a process like before, is industrially useful, and is the manufacture approach suitable for mass production.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-63822

(43)公開日 平成9年(1997)3月7日

(51)Int.Cl.⁶
H 01 F 1/08
C 08 L 29/14

識別記号
H 01 F 1/08
LHA

序内整理番号
H 01 F 1/08
C 08 L 29/14

F I
A
LHA

技術表示箇所

(21)出願番号 特願平7-220270
(22)出願日 平成7年(1995)8月29日

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全5頁)

(71)出願人 000183303
住友金属鉱山株式会社
東京都港区新橋5丁目11番3号
(72)発明者 押村 信満
千葉県市川市中国分 3-18-5 住友金属鉱山株式会社中央研究所内
(72)発明者 石坂 和俊
千葉県市川市中国分 3-18-5 住友金属鉱山株式会社中央研究所内

(54)【発明の名称】樹脂磁石用組成物及びその製造方法

(57)【要約】

【課題】微粉碎後の耐酸化性を向上し、生産時のハンドリングを容易にすると共に、樹脂磁石化したとき機械的強度が高い希土類一遷移金属系樹脂磁石用組成物を得る。

【解決手段】希土類一遷移金属系磁石合金粉末の表面に、25℃で固形状であるポリビニルアセタール樹脂が皮膜を形成し、ポリビニルアセタール樹脂の量が磁石合金粉末に対して0.05～1.9wt%である樹脂磁石用組成物。また、25℃で固形状であるポリビニルアセタール樹脂を溶剤に添加した粉碎溶媒を用いて希土類一遷移金属系磁石合金粉末を湿式微粉碎し、次に該粉碎溶媒中の溶剤を乾燥除去して、該微粉碎された磁石合金粉末の表面に該樹脂の皮膜を形成させる、上記樹脂磁石用組成物の製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 希土類-遷移金属系磁石合金粉末の表面に、25℃で固形状であるポリビニルアセタール樹脂が皮膜を形成していることを特徴とする樹脂磁石用組成物。

【請求項2】 ポリビニルアセタール樹脂の量が磁石合金粉末に対して0.05～1.9wt%である請求項1に記載の樹脂磁石用組成物。

【請求項3】 25℃で固形状であるポリビニルアセタール樹脂を溶剤に添加した粉碎溶媒を用いて希土類-遷移金属系磁石合金粉末を湿式微粉碎し、次に該粉碎溶媒中の溶剤を乾燥除去して、該微粉碎された磁石合金粉末の表面に該樹脂の皮膜を形成させることを特徴とする請求項1又は請求項2に記載の樹脂磁石用組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は耐酸化性が高くて生産時のハンドリングが容易であり、しかも樹脂磁石の耐曲げ強度が優れた希土類-遷移金属系樹脂磁石を与える組成物とその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】希土類系永久磁石はその優れた磁気特性から、一般家電製品や通信・音響機器、医療機器、一般産業機器にいたる幅広い分野で応用されている。その中で樹脂磁石は、磁石粉に樹脂バインダーを配合して圧縮成形、射出成形などにより成形するものであり、焼結タイプに比べ(1)寸法精度が高く複雑な形状に成形することができる、(2)歩留まりが高い、(3)機械加工性が良好である、等の利点がある。

【0003】一般に樹脂磁石の製造には微粉碎工程が必要である。しかし、希土類元素を含有しているために耐酸化性が極めて低く、製造時に磁石粉末が燃えてしまうことからハンドリングが困難である。そこで、磁石粉末の酸化を防止するために高価な設備を必要としたり、微粉碎後に磁石粉末の表面と大気を遮断するためにカップリング剤や低融点金属などの皮膜を生成させることが行われている(特開平6-20814号公報)。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかし、表面に皮膜を生成させることは製造工程が増える上、皮膜剤が高価であり製造コストがかかるという問題がある。また、微粉碎粉を用いて樹脂磁石を製造した場合、成形体の機械的強度が低いことから、樹脂バインダーに添加物を添加し樹脂の強度を向上させる、あるいは磁石粉表面を改質し樹脂との親和性、密着性を向上させることにより樹脂磁石の機械的強度を高めるなどする必要があった。

【0005】そこで本発明は、微粉碎後の耐酸化性を向上し、生産時のハンドリングを容易にすると共に、樹脂磁石化したとき機械的強度が高い希土類-遷移金属系樹

脂磁石用組成物とその製造方法を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】上記課題を達成するための本発明の樹脂磁石用組成物は、希土類-遷移金属系磁石合金粉末の表面に、25℃で固形状であるポリビニルアセタール樹脂が皮膜を形成していることを特徴とする。また、上記条件で更に、ポリビニルアセタール樹脂の量が磁石合金粉末に対して0.05～1.9wt%であることを特徴とする。

【0007】また、これら樹脂磁石用組成物の製造方法は、25℃で固形状であるポリビニルアセタール樹脂を溶剤に添加した粉碎溶媒を用いて希土類-遷移金属系磁石合金粉末を湿式微粉碎し、次に該粉碎溶媒中の溶剤を乾燥除去して、該微粉碎された磁石合金粉末の表面に該樹脂の皮膜を形成させることに特徴がある。

【0008】

【発明の実施の形態】本発明で使用する磁石粉は特に制限無く使用することができる。従って通常樹脂磁石に用いられている磁石粉が使用でき、例えばSmCo₅、Sm₂Co₁₇等の希土類-コバルト系、Nd-Fe-B、Nd-Fe-Co-B、Nd-Fe-Dy-Fe-B等の希土類-遷移金属-硼素系、Sm-Fe-N、Sm-Fe-Mo-N等の希土類-遷移金属-窒素系などの磁石粉が挙げられる。粉碎溶媒中に添加するポリビニルアセタール樹脂とは、例えばポリビニルブチラール樹脂、ポリビニルホルマール樹脂、ポリビニルアセタール樹脂等が挙げられ、25℃で固体のものであれば特に制限はない。その限りで重合度は制限されないが、通常200～5000の範囲で良く、具体的にはポリビニルブチラール樹脂は重合度300～2000のものが好ましく、ポリビニルホルマール樹脂は重合度300～1000のものが好ましい。もし該樹脂が液状であった場合、磁石粉末の表面に形成された皮膜が強固でないために皮膜の厚さが不均一になり酸素が容易に磁石粉末に侵入してしまう。

【0009】ポリビニルブチラール樹脂、ポリビニルホルマール樹脂及びポリビニルアセタール樹脂は単独で使用しても良いが2種類以上を混合しても良い。

【0010】ポリビニルアセタール樹脂は、公知の方法により得られる。即ち、ポリビニルホルマール樹脂は、一般にポリ酢酸ビニルを酸化して得られるポリビニルアルコールをアセトアルデヒドによりアセタール化することにより得られる。またポリビニルブチラール樹脂は同様にして得られたポリビニルアルコールをブチルアルデヒドによりアセタール化することにより得られる。

【0011】ポリビニルアセタール樹脂の添加量は、通常、磁石粉に対して0.05～1.0wt%、好ましくは1.0～5wt%とする。もしポリビニルアセタール樹脂が0.05wt%より少なかった場合、目的とする磁

石粉の耐酸化性、樹脂磁石の機械的強度が達成されない。また、ポリビニルアセタール樹脂が 10 w t % を越えた場合、樹脂磁石の機械的強度が達成されない。

【0012】本発明で使用する微粉碎機は湿式で行うものならば特に限定されない。それは、本発明がポリビニルアセタール樹脂を添加した粉碎溶媒で磁石粉末を微粉碎し、アルコール溶剤を乾燥させることにより残ったポリビニルアセタール樹脂が磁石粉末の表面に皮膜を形成することを特徴としているためである。従って、一般に使用されている微粉碎機として、ボールミル、ディスクミル、アトライター、遊星ボールミル等が挙げられる。また、粉碎に用いる溶剤はポリビニルアセタール樹脂を溶融させることができれば特に制限されない。例えばエタノール、メチルエチルケトン、アセトンなどが挙げられる。

【0013】本発明の組成物を原料として得られる樹脂磁石の成型法には特に制限が無く、一般に用いられる圧縮成形法、射出成形法等が使用できる。実際には、それぞれの成型法に適した樹脂バインダーを選定し、該バインダーと組成物を混合し得られたコンパウンドを成形することにより樹脂磁石を作製する。例えば圧縮成形法では、グリシジルエーテル型エポキシ樹脂、グリシジルエステル型エポキシ樹脂、グリシジルアミン型エポキシ樹脂、線状脂肪族エポキシサイド型エポキシ樹脂、脂肪族エポキシサイド型エポキシ樹脂等と組成物を湿式あるいは乾式で混合し、この混合物をプレス成形することにより樹脂磁石を得る。また、射出成形法では一般に用いられるポリアミド樹脂（例えば 6 ナイロン、6、6 ナイロン、11 ナイロン、12 ナイロン、6、12 ナイロン、芳香族系ナイロン等やこれらの単重合体や他種モノマーとの共重合体、他の物質での末端基処理品など）と

組成物を混練し、この混練物を射出成形機で成形することにより樹脂磁石を得る。

【0014】このようにして得られた樹脂磁石の機械的強度はとても優れている。それは、磁石粉末とポリビニルアセタール樹脂および樹脂バインダーとポリビニルアセタール樹脂の親和性の良いためにそれぞれの密着性が向上し全体として機械的強度が高くなるためである。

【0015】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明を具体的に説明する。

実施例 1 　　高周波溶解炉を用い、 Sm = 25 w t %, Fe = 75 w t % の SmFe 合金を溶解鋳造した。このインゴットを 1100°C × 12 時間 Ar 中で溶体化処理し磁気特性を低下させる原因となる α -Fe 相を除去した。次にジョークラッシャー、 ピンミルを用いて粗粉碎し、 振動ふるいで 106 μ m 以下まで分級を行った。この粗粉碎粉を 465°C × 6 時間 NH₃ + H₂ 混合ガス雰囲気中で窒化処理し、 Sm₂Fe₁₇N₃ 合金粉を得た。続いて 3 kg の合金粉と 15 リットルのエタノールに 90 g の電気化学工業株式会社製ポリビニルブチラール樹脂 (#2000L) を添加した粉碎溶媒をアトライターに投入して平均粒径が約 4 μ m になるまで微粉碎し、 振動流動乾燥機で溶剤だけを乾燥した。この微粉碎粉に樹脂バインダーである常温硬化型のビスフェノール A 型エポキシ樹脂を粉末に対して 2 w t % 添加し、 得られた組成物をプレス金型中に供給して、 成形面圧 7 t o n / cm² でプレス成形し成形体を得た。微粉碎粉の耐酸化性及び成形体の機械的強度は以下のようにして評価した。粉碎条件を表 1 に示す。

【0016】

【表 1】

	添加樹脂		溶剤の種類	使用合金
	種類	添加量		
実施例 1	ポリビニルブチラール	3.0wt%	エタノール	Sm ₂ Fe ₁₇ N ₃
実施例 2	ポリビニルブチラール	0.1wt%	エタノール	Sm ₂ Fe ₁₇ N ₃
実施例 3	ポリビニルブチラール	8.0wt%	エタノール	Sm ₂ Fe ₁₇ N ₃
実施例 4	ポリビニルアルコール	3.0wt%	メチルエチルケトン	Sm ₂ Fe ₁₇ N ₃
実施例 5	ポリビニルブチラール ポリビニルアルコール	2.0wt% 2.0wt%	エタノール	Sm ₂ Fe ₁₇ N ₃
実施例 6	ポリビニルブチラール	3.0wt%	エタノール	SmCo ₅
実施例 7	ポリビニルブチラール	3.0wt%	エタノール	Nd _{1.3} Dy ₂ Fe _{7.7} Be
比較例 1	ポリビニルブチラール	0.02wt%	エタノール	Sm ₂ Fe ₁₇ N ₃
比較例 2	ポリビニルブチラール	15.0wt%	エタノール	Sm ₂ Fe ₁₇ N ₃

【0017】微粉碎粉の評価は、微粉碎、乾燥の済んだ粉末を25℃の大気雰囲気化に放置して、任意の時間における酸素量の変化を溶融法による化学分析により求めた。樹脂磁石の機械的強度は、得られた成形体を室温で6時間放置し樹脂バインダーを硬化させた後、ASTM

D-790に準じ曲げ強度により評価した。結果を表2に示す。

【0018】

【表2】

	耐酸化性試験(O ₂ wt%)					曲げ強度 (kgf/mm ²)
	放置前	1時間	6時間	12時間	24時間	
実施例 1	0.24	0.25	0.27	0.29	0.34	8.2
実施例 2	0.27	0.28	0.30	0.33	0.40	7.5
実施例 3	0.22	0.22	0.24	0.26	0.30	8.8
実施例 4	0.25	0.26	0.28	0.31	0.37	7.9
実施例 5	0.25	0.26	0.28	0.30	0.35	8.5
実施例 6	0.23	0.23	0.25	0.27	0.30	8.9
実施例 7	0.23	0.24	0.27	0.31	0.36	8.3
比較例 1	0.30	燃えた	---	---	---	5.2
比較例 2	0.21	0.21	0.23	0.24	0.27	6.6

【0019】実施例2～5 ・・・ 粉碎条件を表1に示すものにした以外は実施例1と同様に行った。結果を表2に示す。

【0020】実施例6 ・・・ 使用した合金粉の組成をSmCo₅とした以外は実施例1と同様な方法で行った。結果を表2に示す。

【0021】実施例7 ・・・ 使用した合金粉の組成をNd₁₃ Dy₂ Fe₇₇ B₈とした以外は実施例1と同様な方法で行った。結果を表2に示す。

【0022】比較例1～2 ・・・ 粉碎溶媒の組成を表1に示すものにした以外は実施例1と同様な方法で行った。結果を表2に示す。

【0023】なお、実施例、比較例で用いる溶媒中に配合した樹脂は電気化学工業株式会社製#2000L（ポリビニルブチラール樹脂）および同社製#200（ポリビニルホルマール樹脂）である。

【0024】

【発明の効果】以上の説明のように、本発明の樹脂磁石用組成物は耐酸化性に優れ、ハンドリングが容易である上、樹脂磁石の機械的強度を向上させることができる。また、本発明で提案した樹脂磁石用組成物の製造方法は従来のように工程を増やすことがなく、工業的に有益で量産に適した製造方法である。